Lane Medical Library

Aus dem pharmakologischen Institut Würzburg.

Die anorganischen Bestandteile des Pankreas.

Inaugural-Dissertation

verfasst und der

Hohen medicinischen Facultät

der

Königl. Bayer. Julius-Maximilians-Universität Würzburg

zur

Erlangung der Doktorwürde

in der

Medicin, Chirurgie und Geburtshilfe

vorgelegt von

Wilhelm Lüning

approb. Arzt aus Niederurff.

WÜRZBURG.

Paul Scheiner's Buchdruckerei (Dominikanergasse 6)

1899.

Referent: Herr Professor Dr. Kunkel.

Meinen

LIEBEN ELTERN

in Dankbarkeit

gewidmet.

Erst in der Mitte unseres Jahrhunderts wurde das grosse Dunkel, das bis dahin über die Physiologie der Bauchspeicheldrüse geherrscht hatte, aufgehellt, und zwar ist es der französische Physiologe *Claude Bernard*, dem dieses Verdienst gebührt. Allerdings hatten auch schon in früheren Zeiten verschiedene Forscher die Drüse zum Gegenstand ihrer Beobachtung gemacht; so legte schon im Jahre 1684 *Regnier de Graf* zur Gewinnung des Drüsensekrets eine Pankreasfistel an einem lebenden Hund an, und auch späterhin wurden diese Versuche von anderen noch einige Male wiederholt, aber irgendwelche rationelle physiologische Untersuchungen erfolgten dabei nicht. *Claude Bernard* war es denn, der die ersten Erfolge bei seinen Forschungen erzielte. Ihm gelang es durch seine glänzenden Versuche, mittels deren er neben der Art und Weise der Absonderung des Pankreas besonders die Wirkungskreise des Sekrets untersuchte, die 3 fundamentalen Eigenschaften des Bauchspeichels zu erkennen; diese sind die diastatische, fettspaltende und eiweisslösende Wirkung.

Nach ihm waren es hauptsächlich deutsche Gelehrte, die sich der Erforschung über die Physiologie des Pankreas widmeten. Wichtige Entdeckungen

wurden in dieser Zeit gemacht, sowohl über die im Sekret enthaltenen wirksamen Fermente, als auch über die Art und Weise der Sekretion des Bauchspeichels und den Einfluss des Nervensystems auf die Absonderung. Ganz neu und in ganz anderer Richtung waren die epochemachenden Entdeckungen, die durch die Exstirpation des Pankreas gemacht wurden. *Mering* und *Minkowski* hatten dieselbe im Jahre 1889 bei Hunden vorgenommen und dabei Resultate erzielt, die unsere Kenntnisse über die physiologische Bedeutung des Organs in bedeutendem Masse erweiterten. Es stellte sich nämlich heraus, dass durch die Entfernung des Pankreas ein echter Diabetes in schwerster Form auftrat, der mit dem menschlichen Diabetes in allen Stücken übereinstimmte.

Weiterhin hat es sich ergeben, dass bei etwa 50 Prozent der Diabetiker Erkrankungen des Pankreas sich vorfinden. Offenbar ein Hinweis, dass das Pankreas im Stoffwechsel noch eine Funktion besitzen muss, die für den Verbrauch des Zuckers durchaus notwendig ist.

So sehen wir, dass sich unser Wissen über die Natur und die Wirkungsweise des Bauchspeichels in den letzten Jahrzehnten in mannigfacher Weise vermehrt hat, es muss uns daher doppelt Wunder nehmen, dass andrerseits unsere Kenntnisse über die chemische Zusammensetzung des Gewebes der Drüse noch so weit zurück sind, zumal doch solche Aschenanalysen in neuester Zeit zu bedeutenden Entdeckungen führten. Es existieren wohl einige Untersuchungen über den Gehalt des Pankreas an Wasser und festen Bestandteilen, und von letzteren sind auch

noch die organischen genauer bestimmt, aber die anorganischen Bestandteile der Drüse haben dabei keinerlei Berücksichtigung erfahren.

Von meinem Lehrer, Herrn Professor Dr. *Kunkel* wurde mir nun der ehrende Auftrag zu Teil, mehrere menschliche Pankreas in dieser Hinsicht einer Untersuchung zu unterwerfen, und zwar wurden zu diesem Zwecke solche von 2 alten Frauen und das eines 2jährigen Kindes benützt. Eine grosse Hilfe fand ich bei diesen Arbeiten an Herrn Apotheker *Anselm*, der mich dabei in der liebenswürdigsten Weise unterstützte.

In dem Folgenden sollen nun die Beschreibung und die Resultate dieser Versuche gebracht werden. Es stammte das Pankreas I von einer 83 Jahre alten Frau, die an Magenkrebs gestorben war, während Pankreas II von einer Frau stammte, die im 75. Lebensjahr infolge Eierstockkrebses zu Grunde gegangen war. Die Versuche dieser beiden Pankreas wurden nebeneinander angestellt und sollen daher auch nebeneinander beschrieben werden, während die an dem Pankreas des 2jährigen Kindes nachträglich gemacht wurden und hierbei auch nur ein Teil der ersteren Bestimmungen.

Jedes Pankreas wurde mit gewöhnlichem, zuletzt mit destilliertem Wasser so gut wie möglich vom Blute und seinen Anhängseln gereinigt, abgetrocknet und dann gewogen. Das Gewicht des Pankreas I betrug 59,7 gr, das des Pankreas II 52,72 gr. Darauf wurden beide Pankreas zerkleinert und jedes in eine zuvor genau tarierte Platinschale gebracht. Das Gewicht der Platinschale, in der Pankreas I verascht wurde, betrug 82,212 gr, das der Platinschale für

Pankreas II 52,214 gr. In diesen Schalen wurden die zerkleinerten Drüsen unter Anwendung einer kleinen Leuchtgasflamme zur Veraschung gebracht. Nachdem beide Pankreas zum grössten Teil verascht waren, wurden dieselben mit kochendem Wasser ausgezogen und die wässerigen Lösungen in vorher genau tarierte Stöpselgläser filtriert, darauf die auf dem Filter zurückgebliebene Kohle getrocknet und mit demselben wieder verascht, bis keine Kohlenteilchen mehr zu sehen waren. Die rückständige weisse Masse wurde nun abermals mit heissem, destilliertem Wasser unter Zusatz von 6 Tropfen Salpetersäure ausgezogen. Der zum zweiten Mal geglühte und vollständig weiss gebliebene Rückstand löste sich in dem mit 6 Tropfen Salpetersäure angesäuertem Wasser mit Hilfe von Wärme zu einer vollständig klaren Flüssigkeit auf, ohne den geringsten Rückstand zu hinterlassen; es hatten sich also sämmtliche anorganischen Salze aufgelöst. Der Aschenrückstand von dem Pankreas I betrug 0,622 gr, der von Pankreas II 0,540 gr.

Es wurden nun die beiden salpetersauren Lösungen Nr. I und II zu den ersten wässrigen Lösungen hinzufiltrirt, das Filter gut ausgewaschen und für beide Lösungen das Gewicht genau auf 100 gr gebracht. Es sind jetzt also in diesen beiden Lösungen sämmtliche anorganischen Salze von je Pankreas I und II enthalten. Diese Lösungen wurden nun einer weiteren quantitativen Analyse unterworfen.

I. Bestimmung von Chlor.

A. Der Lösung I.

Zur Bestimmung von Chlor wurden 5 gr der salpetersauren Lösung mit Wasser verdünnt, mit 2 Tropfen Salpetersäure versetzt und im Sandbad gelind erwärmt. Hierauf setzte man so lange tropfenweise salpetersaures Silber zu, als noch ein Niederschlag entstand. Der Niederschlag war sehr unbedeutend, kaum wiegbar. Der Niederschlag wurde gegen Licht geschützt, zum Absitzen bei Seite gestellt, hierauf auf ein aschfreies Filter gebracht und zunächst mit heissem Wasser, dem etwas Salpetersäure zugesetzt war, ausgewaschen, zuletzt mit reinem Wasser, bis ein Tropfen der ablaufenden Flüssigkeit keine Reaction auf Silber mehr ergab. Der Niederschlag wurde nun getrocknet, möglichst von dem Filter abgelöst und in einen Porcellantiegel gebracht, das Filter wurde an einer Platinspirale eingeäschert und zu dem Niederschlag in dem NB. genau gewogenen Porcellantiegel hinzugegeben. Der Tiegel wurde nun zum Schlusse noch bis zum Schmelzen des Chlorsilbers erhitzt, darauf wieder erkalten lassen und gewogen.

Gewicht des Tiegels mit Chlorsilber =	19,5894
Tara des Tiegels =	19,5862
Menge des Chlorsilbers =	0,0032

In 5 gr der Lösung sind demnach enhalten 0,0032 gr Chlorsilber,
daher in 100 gr = 0,064 „ Chlorsilber.
0,064 gr Chlorsilber auf Chlor berechnet ergeben 0,0157 „ Chlor.

Es sind demnach in 100 gr Lösung enthalten 0,0157 gr Chlor; Aschenbestandteile sind in 100 gr Lösung 0,622 gr; folglich in den 0,622 gr Asche des Pankreas I sind 0,0157 Cl. = 2,52% der Asche.

B. Der Lösung II.

Dieselbe Bestimmung wurde mit der Asche des Pankreas II ausgeführt. Es ergab sich:

Gewicht des Tiegels mit Chlorsilber =		19,5891
Tara des Tiegels =		19,4862
Menge des Chlorsilbers =		0,0029
Demnach sind in 5 gr der Lösung	0,0029	Ag. Cl.
und in 100 gr =	0,058	„ „
0,058 gr Ag. Cl. auf Chlor berechnet ergeben	0,0143	Cl.

Die Aschenbestandteile der II. Lösung betrugen 0,54, es sind also in 0,54 Asche des Pankreas II enthalten: = 0,0143 Cl. = 2,65% der Asche.

II. Bestimmung der Kieselsäure.

A. Des Pankreas I.

Da mit Wasser und einigen Tropfen Salzsäure der Rest der Asche vollständig aufgelöst war, und kein Rückstand mehr wahrzunehmen war, musste angenommen werden, dass sämtliche Aschenbestandteile gelöst wären; es musste daher in der Lösung auch nur „lösliche Kieselsäure“ vorhanden sein. Zur Bestimmung derselben wurde folgendermassen verfahren:

10 gr der Lösung I wurden in einer Platinschale im Wasserbade zur Trockne eingedampft, dann über

der Gasflamme etwa auf 100° Celsius erhitzt, um die Salpetersäure vollständig auszutreiben. Nachdem so die Salpetersäure vollständig verjagt war, setzte man dem trockenen Rückstand einige Tropfen Salzsäure und etwas Wasser zu, erwärmte das Ganze bei mässiger Temperatur und rauchte zur Trockne ab; die trockne Masse wurde nun kurze Zeit bis zu 100° Celsius erhitzt, dann erkalten lassen und diese Operation 2 mal wiederholt.

Es war somit die Kieselsäure in die unlösliche Form gebracht worden. Hierauf wurden einige Tropfen Salpetersäure und etwas Wasser zugesetzt. Die Kieselsäure wurde nun auf einen aschfreien Filter gebracht, ausgewaschen, getrocknet und in einem Platintiegel, der zuvor genau gewogen war, geglüht und darauf in demselben gewogen. Es ergab sich folgendes Resultat:

Gewicht der Platinschale mit Kieselsäure =	12,6350
Tara der Platinschale =	12,6320
Menge der Kieselsäure =	0,003

Diese sind in 10 gr Lösung. In 100 gr Lösung I sind daher 0,03 SiO_2
oder in 0,622 Asche des Pankreas I = 0,03 „ „
= 4,82% der Asche.

B. Des Pankreas II.

Derselbe Weg wurde zur Bestimmung der löslichen Kieselsäure der Lösung II eingeschlagen. Es zeigte sich ein sehr unbedeutender Niederschlag, der kaum zu erkennen war. Es ergaben sich folgende Gewichte:

Gewicht der Platinschale mit Kieselsäure = 12,6330
Tara der Platinschale = 12,6325
Menge der Kieselsäure = 0,0005

0,0005 SiO_2 sind in 10 gr enthalten, daher in 100 gr Lösung = 0,005
oder in 0,54 gr Asche des Pankreas II sind enthalten 0,005 SiO_2
= 0,93% der Asche.

III. Bestimmung der Schwefelsäure.

A. Des Pankreas I.

Zur Bestimmung der Schwefelsäure wurde das bei der Bestimmung der löslichen Kieselsäure erhaltene Filtrat benutzt. Die Flüssigkeit wurde zum Sieden erhitzt und tropfenweise Chlorbaryumlösung zugesetzt, dies fortgesetzt, bis kein neuer Niederschlag mehr entstand. Es wurde nun ruhig stehen gelassen und dann die Flüssigkeit oberhalb des abgesetzten Niederschlags von schwefelsaurem Baryum abfiltriert. Darauf wurde über den Niederschlag Wasser übergegossen, kurz aufkochen und absitzen lassen; diese Procedur wurde mehreremals wiederholt. Schliesslich wurde der Niederschlag auf einem Filter gesammelt und mit heissem Wasser gut ausgewaschen, bis das abfiltrierte Wasser keine saure Reaktion mehr ergab. Nachdem Filter und Niederschlag getrocknet waren, wurde der letztere möglichst vom Filter abgelöst und in einen genau gewogenen Platintiegel gebracht, das Filter an der Platinspirale eingeäschert und in dem Platintiegel sammt dem getrockneten Niederschlag geglüht und gewogen.

Gewicht der Platinschale mit schwefelsaurem Baryum = 12,6326
Tara des Platintiegels = 12,6320
Menge des schwefelsauren Baryum = 0,0006
Diese sind in 10 gr Lösung enthalten, daher in 100 gr Lösung = 0,006 $BaSO_4$
0,006 $BaSO_4$ auf H_2SO_4 berechnet ergeben 233 : 98 = 0,006 : n = 0,0025 H_2SO_4
Es sind also in 0,622 Asche des Pankreas I enthalten = 0,0025 H_2SO_4
= 0,40% der Asche.

B. Des Pankreas II.

Dieselbe Bestimmung auf Schwefelsäure bei der Lösung II ausgeführt, ergab Folgendes:
Gewicht des Platintiegels mit schwefelsaurem Baryum = 12,6323
Tara des Platintiegels = 12,6320
Menge des schwefelsauren Baryum = 0,0003
0,0003 $BaSO_4$ sind in 10 gr Lösung enthalten, daher in 100 gr Lösung = 0,003
0,003 $BaSO_4$ auf H_2SO_4 berechnet ergeben 233 : 98 = 0,003 : n = 0,0012 H_2SO_4
Es sind also in 0,54 gr Asche des Pankreas II enthalten = 0,0012 H_2SO_4
= 0,22% der Asche.

IV. Bestimmung von Kalium und Natrium.

A. Des Pankreas I.

30 gr der salpetersauren Lösung wurden in einem Becherglase abgewogen, mit Wasser verdünnt

und so lange Baryt-Wasser zugesetzt, bis die Flüssigkeit stark alkalisch reagierte. Die Flüssigkeit wurde nun vom Niederschlag, der zum grössten Teil aus Kieselsäure, Schwefelsäure, Phosphorsäure, ferner aus Magnesium, Eisen und Mangan besteht, abfiltrirt, das Filter gut ausgewaschen und hierauf eine Zeitlang Kohlensäure in die Flüssigkeit eingeleitet, um dadurch die etwa vorhandenen ätzenden Erdalkalien zu entfernen. Hierauf wurde die Flüssigkeit zum Kochen erhitzt und zur Hälfte eingedampft, damit sich die noch gelösten doppelkohlensauren Salze des Bariums und Calciums als neutrale Salze vollständig ausschieden. Die erkaltete und über Nacht stehen gebliebene Flüssigkeit wird nun in eine Platinschale, die vorher gut ausgetrocknet und gewogen war, filtrirt und zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird zur Entfernung der Salpetersäure und Kohlensäure gelinde geglüht, dann mit 20 Tropfen Salzsäure versetzt, hierauf wieder abgedampft und geglüht. Es bleiben nun die reinen Chloride der Alkalien in der Schale zurück, die nach dem Erkalten genau gewogen werden. Die in der Platinschale enthaltenen Chloride werden nun in etwas Wasser gelöst und die Lösung in eine Porcellanschale filtrirt; das Filter wird gut ausgewaschen. Dann wurde die Flüssigkeit im Wasserbad mit einer bestimmten Menge Platinchloridlösung eingedampft zur Trockne. Der Rückstand wurde mit 95 %igem Alkohol übergossen, wobei sich das Natriumplatinchlorid löste, während das Kaliumplatinchlorid ungelöst zurückbleibt. Der Niederschlag von Kaliumplatinchlorid wird auf einem Asbestfilter gesammelt, mit Alkohol ausgewaschen, getrocknet und gewogen. Es wird nun aus dem Ge-

wichtsverlust des Natrium und aus dem Gesammtniederschlag das Kalium berechnet.

Das Gewicht des Platintiegels und der Chloride = 52,3230

Das Gewicht des Platintiegels = 52,2142

Die Menge der Chloride beträgt also = 0,1088

Das Gewicht des Kaliumplatinchlorids betrug = 0,1368 gr

Kaliumplatinchlorid auf Ka Cl berechnet = 0,04202 Ka Cl

Kaliumchlorid und Natriumchlorid = 0,10880

Kaliumchlorid = 0,04202

Folglich Natriumchlorid = 0,06678

0,04202 gr Kaliumchlorid auf Kalium berechnet ergiebt = 0,02199 Ka

Soviel sind in 30 gr Lösung, also in 100 gr Lösung oder in 0,622 gr Asche = 0,0733 Ka = 11,78% der Asche.

0,06678 gr Natriumchlorid auf Natrium berechnet = 0,02625 Na

Soviel sind in 30 gr Lösung enthalten, also in 100 gr Lösung oder in 0,622 gr Asche = 0,0875 Na = 14,07% der Asche.

B. Des Pankreas II.

Dieselbe Art und Weise der Kalium- und Natriumbestimmung wurde bei der Lösung II angewandt. Es ergaben sich dabei folgende Resultate:

Gewicht der Porcellanschale und der Chloride = 35,8458 gr

Tara der Porcellanschale = 35,7145 „

Die Menge der Chloride beträgt also = 0,1313 gr

Gewicht des Kaliumplatinchlorids betrug = 0,1565

Dieses Kaliumplatinchlorid auf Ka Cl berechnet, ergiebt = 0,04805 Ka Cl

Kaliumchlorid und Natriumchlorid = 0,13130

Kaliumchlorid = 0,04805

Folglich Natriumchlorid = 0,08325

0,04805 gr Kaliumchlorid auf Kalium berechnet = 0,02247 Ka

Soviel sind in 30 gr Lösung, also in 100 gr Lösung oder in 0,54 gr Asche = 0,0649 gr Ka = 12,02% der Asche.

0,08325 Natriumchlorid auf Natrium berechnet = 0,03273

Soviel sind in 30 gr Lösung, also in 100 gr Lösung oder in 0,54 gr Asche = 0,1091 = 20,20% der Asche.

V. Bestimmung der Phosphorsäure.

A. Des Pankreas I.

30 gr der salpetersauren Lösung wurden in einem Becherglas abgewogen, mit Ammoniak neutralisiert, hierauf mit etwas Essigsäure angesäuert, stark mit Wasser verdünnt und dann das Ganze mit essigsaurem Natrium versetzt und zum Sieden erhitzt. Zu der kochenden Lösung wird so lange eine verdünnte Eisenchloridlösung zugesetzt, bis kein Niederschlag von basisch phosphorsaurem und basisch essigsaurem Natron mehr entsteht. (Hierauf wird kochend filtriert).

NB. Eine abfiltrierte Probe darf mit verdünntem Eisenchlorid keinen Niederschlag mehr geben.

Der Niederschlag wird so rasch wie möglich auf das Filter gebracht, mit einer heissen Lösung von Wasser mit einigen Tropfen Essigsäure und etwas essigsaurem Natron ausgewaschen und das Waschwasser zu der filtrierten Lösung gebracht. In der abfiltrierten Flüssigkeit befindet sich nun das Mangan, Magnesium und Calcium, die später quantitativ bestimmt werden, während die ganze Phosphorsäure und das gesammte Eisen als phosphorsaures und basisch essigsaures Eisen auf dem Filter zurückgeblieben sind.

Der auf dem Filter gebliebene Niederschlag wurde noch feucht in heisser verdünnter Salzsäure gelöst, mit 10 Tropfen Salpetersäure das Eisenoxydulsalz in die Oxydstufe überführt und hierauf Weinsteinsäure in Ueberschuss zugesetzt, welche die Fällung des Eisens verhindert. Nun setzte man Ammoniak bis zur stark alkalischen Reaktion hinzu; hierbei darf sich keine Spur von Niederschlag bilden. Hierauf versetzte man die Flüssigkeit mit Magnesia-Mixtur, rührte gut um, und liess 24 Stunden stehen.

Die Phosphorsäure setzt sich dabei als phosphorsaure Ammoniak-Magnesia krystallinisch ab. Der Niederschlag wird sorgfältig auf einem schwedischen Filter gesammelt, mit Ammoniak-Wasser ausgewaschen und zwar solange, bis ein Tropfen des abgelaufenen Wassers nach Ansäuren von 2 Tropfen Salpetersäure auf Zusatz von salpetersaurem Silber keine Opalescenz mehr zeigt. Der Niederschlag wurde getrocknet, möglichst von dem Filter abgelöst und in eine gewogene Platinschale gebracht, das Filter

an einer Platinspirale verascht und ebenfalls in den Tiegel gebracht. Hierauf wurde das Ganze stark geglüht und nach dem Glühen durch Abzug der Tara des Platintiegels die pyro-phosphorsaure Magnesia bestimmt.

Es ergab sich folgendes Resultat:

Gewicht des Platintiegels mit der pyrophosphorsauren Magnesia = 12,7313
Tara des Platingehalts = 12,6320
Menge der phosphorsauren Magnesia = 0,0993
0,0993 gr pyrophosphorsaure Magnesia auf Phosphorsäure berechnet ergiebt = 0,0876 H_3PO_4
Soviel sind enthalten in 30 gr Lösung, daher in 100 gr Lösung oder in 0,622 Asche = 0,2923 gr = 46,99% der Asche.

B. Des Pankreas II.

Dieselben Operationen wurden mit 30 gr der Lösung II vollzogen, das Resultat, welches dabei erzielt wurde war Folgendes:

Gewicht des Platintiegels mit der phosphorsauren Magnesia = 12,7142
Tara des Platintiegels = 12,6310
Menge der pyrophosphorsauren Magnesia = 0,0832
0,0832 gr pyrophosphorsaure Magnesia auf Phosphorsäure berechnet ergiebt = 0,0734 H_3PO_4
Soviel sind enthalten in 30 gr Lösung, daher in 100 gr Lösung oder in 0,54 Asche = 0,2446 H_3PO_4
= 45,29% der Asche.

VI. Bestimmung von Mangan.

A. Des Pankreas I.

Die von dem phosphorsaurem Eisen und basisch essigsaurem Eisen, das als Niederschlag auf dem Filter zurückblieb und zur Bestimmung von Phosphorsäure verwendet wurde, abfiltrierte Flüssigkeit, wurde nun zur Bestimmung von Mangan, Calcium und Magnesium verwandt und zwar wurde hiervon zuerst das Mangan bestimmt. Es wurde die abfiltrierte, wasserhelle Flüssigkeit in einer Porcellanschale im Wasserbad zur Hälfte eingedampft, hierauf in einem Kölbchen mit Ammoniak bis zur alkalischen Reaction versetzt, dann etwas Chlorammonium hinzugegossen und mit einer etwas grösseren Menge Schwefelammonium versetzt dies Ganze an einem warmen Orte 24 Stunden der Ruhe überlassen. —

Der sehr geringe Niederschlag, der sich gebildet hatte, bestand zum grössten Teil aus Schwefelmangan nebst Spuren von Schwefeleisen; derselbe wurde auf einem schwedischen Filter gesammelt und die abfiltrierte Flüssigkeit zur weiteren Bestimmung von Calcium und Magnesium zurückgestellt. Der auf dem Filter zurückgebliebene Niederschlag wurde in heisser Salzsäure gelöst, mit 2 Tropfen Salpetersäure oxydiert. Nachdem nun von dem abgeschiedenen Schwefel abfiltriert war, wurde der Flüssigkeit Weinsäure im Ueberschuss zugesetzt, um die Fällung des Eisens zu verhindern. Hierauf wurde die Flüssigkeit bis zu 45° Celsius erwärmt und solange mit einer Lösung von kohlensaurem Natron versetzt, bis eine stark alkalische Reaktion eintrat. Es zeigte sich nun kein Niederschlag, sondern nur eine starke braune Ver-

färbung der Flüssigkeit. Es wurde daher die Flüssigkeit nochmals auf 45° Celsius erwärmt, mit verdünnter Salzsäure ganz schwach sauer gemacht und hierauf mit einer verdünnten Lösung von kohlensaurem Natron versetzt. Sofort fiel nun das Mangan als kohlensaures Manganoxydul heraus. Man liess das Ganze darauf 24 Stunden stehen zum Absitzen, brachte den sehr unbedeutenden Niederschlag auf ein Filter und wusch dann so lange mit Wasser aus, bis die abgelaufene Flüssigkeit keine Chlor-Reaction mehr ergab. Das Filter wurde getrocknet und mit dem unbedeutenden Niederschlag an einer Platinspirale verascht, die Asche in einen genau gewogenen Platintiegel gebracht und geglüht. Das Magankarbonat geht hierbei in Manganoxyduloxyd über und hieraus wird das Mangan selbst bestimmt.

Gewicht des Platintiegels mit dem Manganoxyduloxyd	= 12,6378
Tara des Platintiegels	= 12,6320
Menge des Manganoxyduloxyd	= 0,0058
0,0058 Manganoxyduloxyd auf Mangan beberechnet, ergeben	= 0,00417
Soviel sind in 30 gr Lösung, daher in 100 gr Lösung oder in 0,622 gr Asche	= 0,0139

= 2,23 % der Asche.

B. Des Pankreas II.

Auf dieselbe Weise wurde der Aschenrückstand des Pankreas II auf seinen Gehalt an Mangan untersucht.

Es fand sich, dass die Menge des Mangans in 100 gr Lösung oder 0,54 gr Asche betrug = 0,0136 = 2,52 % der Asche.

VII. Bestimmung des Calcium.

A. Des Pankreas I.

Das Filtrat nebst Waschwasser, welches bei der Bestimmung des Mangans sich ergeben hatte, wurde mit oxalsaurem Ammoniak versetzt und 12 Stunden stehen lassen. Der entstandene Niederschlag von oxalsaurem Calcium wurde auf ein aschfreies Filter gesammelt, mit Wasser ausgewaschen und das Filtrat sammt dem Waschwasser zur nachträglichen Bestimmung des Magnesiums zurückgestellt. Das Filter wurde getrocknet, sodann soviel wie möglich von dem darauf befindlichen Niederschlag abgelöst und das Filter selbst an der Platinspirale eingeäschert. Niederschlag und Asche wurden darauf in einer genau gewogenen Platinschale geglüht. Hierdurch wird das oxalsaure Calcium in kohlensaures Calcium übergeführt. Beim Glühen kann sich Calciumoxyd bilden, nachzuweisen durch rotes Lakmuspapier; sollte dies der Fall sein, so fügt man etwas Wasser zu der geglühten Masse hinzu und etwas kohlensaures Ammonium in Lösung, wodurch das Calciumoxyd in kohlensaures Calcium umgewandelt wird. Alsdann wird nochmals ganz schwach geglüht, hierauf gewogen und aus dem kohlensauren Calcium das Calcium berechnet.

Gewicht des Platintiegels mit dem kohlensaurem Calcium	= 12,6425
Tara des Platintiegels	= 12,6306
Menge des kohlensauren Calciums	= 0,0119
0,0119 kohlensaures Calcium auf Calium berechnet ergeben:	0,00476
Soviel sind in 30 gr Lösung, also in 100 gr Lösung oder in 0,622 gr Asche	= 0,0159

= 2,56 % der Asche.

B. Des Pankreas II.

Ganz analog der Bestimmung des Calcium bei Pankreas I wurde die Calciumbestimmung bei Pankreas II ausgeführt. Es ergab sich folgendes Resultat:

Menge des kohlensauren Calciums = 0,0072
0,0072 kohlensaures Calcium auf Calcium berechnet = 0,00288
Soviel sind in 30 gr Lösung, daher in 100 gr Lösung oder in 0,54 gr Asche = 0,0915
= 16,94 % der Asche.

VIII. Bestimmung des Magnesiums.

A. Des Pankreas I.

Zur Bestimmung des Magnesium wurde das bei der Bestimmung des Calcium zurückgestellte Filtrat benützt. Die Flüssigkeit wurde mit überschüssigem Ammoniak und Chlorammonium versetzt und hierauf unter Umrühren eine Lösung von phosphorsaurem Natrium hinzugegeben, wobei das Magnesium als phosphorsaures Ammoniak-Magnesia herausfällt. Es wurde nun 20 Stunden stehen lassen und abfiltriert, dann der auf dem Filter erhaltene Niederschlag so lange mit Ammoniakwasser ausgewaschen, bis ein Tropfen des Filtrats nach Ansäuren mit Salpetersäure auf Zusatz von salpetersaurem Silber keine Opalescennz mehr zeigte. Dann wurde trocknen lassen und darauf der Niederschlag möglichst vollständig von dem Filter abgelöst und in einen gewogenen Platintiegel gebracht. Das Filter wurde an einer Platinspirale verascht und zu dem Niederschlag zugegeben.

Hierauf wurde das Ganze stark geglüht. Nach dem Erkalten ergab das Gewicht des Tiegels nach Abzug der Tara des Tiegels die Menge des pyrophosphorsauren Magnesium, aus dem das Magnesium zu berechnen ist.

Gewicht der Platinschale mit dem phosphorsauren Magnesium	= 12,6433
Tara der Platinschale	= 12,6306
Menge des phosphorsauren Magnesium	= 0,0127
0,0127 phosphorsaures Magnesium auf Magnesium berechnet ergeben	= 0,00275 gr
Soviel sind in 30 gr. Lösung, daher in 100 gr Lösung oder in 0.622 Asche	= 0,00916

= 1,48 % der Asche.

B. Des Pankreas II.

Bei Pankreas II dieselbe Bestimmung ausgeführt, ergab:

Gewicht des Platintiegels mit dem phosphorsauren Magnesium	= 12,6316
Tara des Platintiegels	= 12,6288
Menge des phosphorsauren Magnesium	= 0,0028
0,0028 gr phosphorsaures Magnesium auf Magnesium berechnet ergeben	= 0,000605
Soviel sind in 30 gr Lösung, daher in 100 gr Lösung oder in 0,54 gr Asche	= 0,00202

= 0,37 % der Asche.

Zu den noch folgenden Bestimmungen wurde das Pankreas eines 2 jährigen Kindes benutzt. Das Gewicht desselben betrug 31,2 gr. Es wurde zunächst gründlich vom Blut und seinen Anhängseln gereinigt,

zerkleinert und in einer Platinschale verascht. Darauf mit heissem Wasser ausgezogen, ebenso weiter verfahren wie bei Pankreas I und II und in ein Stöpselglas gefüllt. Das Gewicht der Flüssigkeit wurde auf 125 gr gebracht. Der Aschenrückstand betrug 0,3622 gr.

Bestimmung der Kieselsäure.

10 gr der wässrigen Lösung wurden mit 5 Tropfen Salzsäure versetzt und in einem genau gewogenen Platintiegel im Wasserbad zur Trockne verdampft, dann stark der Glühhitze ausgesetzt. Hierauf wurde die Masse erkalten lassen, wieder 5 Tropfen Salzsäure und etwas Wasser zugesetzt, dann im Wasserbade abgeraucht zur Trockne und geglüht. Nachdem die Masse erkaltet war, wurde das Gewicht bestimmt und aus der Differenz dieses Gewichtes und dem der Platinschale für sich allein die Kieselsäure bestimmt.

Gewicht des Platintiegels mit der Kieselsäure	= 18,8288
Tara des Platintiegels	= 18,8023
Menge der Kieselsäure	= 0,0265
Soviel sind in 10 gr Lösung enthalten, daher in 125 gr Lösung oder in 0,3622 gr Asche	= 0,33125

= 91,47 % der Asche.

Die übrige Menge der wässerigen Lösung wurde mit einigen Tropfen Essigsäure angesäuert, mit essigsaurem Natron versetzt und dann bei gleichzeitiger Erwärmung bis zu 45° Celsius Chlorgas in die Flüssigkeit eingeleitet. Nachdem 2 Tage stehen gelassen

war und sich keine Spur von Niederschlag gebildet hatte konnte man die Abwesenheit von Mangan mit Bestimmtheit annehmen.

Bevor in die Flüssigkeit Chlorgas eingeleitet wurde, wurde zur Entfernung des Eisens, das an Phosphorsäure gebunden in der Flüssigkeit vorhanden war, folgendermassen verfahren:

Die Flüssigkeit wurde mit Essigsäure angesäuert, zum Kochen erhitzt und dann die kochende Lösung mit essigsaurem Natron versetzt; es fiel dabei das Eisen, welches an Phosphorsäure gebunden war, als basisch phosphorsaures Eisen heraus, darauf wurde heiss filtriert und erkalten lassen.

Tabelle der gefundenen Stoffe bei Pankreas I.

	Menge	Prozent
Chlor	0,0157	2,52
Kieselsäure	0,0300	4,82
Schwefelsäure	0,0025	0,40
Kalium	0,0733	11,78
Natrium	0,0875	14,07
Phosphorsäure	0,2923	46,99
Mangan	0,0139	2,23
Calcium	0,0159	2,56
Magnesium	0,0092	1,48

Tabelle der gefundenen Stoffe bei Pankreas II.

	Menge	Prozent
Chlor	0,0143	2,65
Kieselsäure	0,0050	0,93
Schwefelsäure	0,0012	0,22
Kalium	0,0649	12,02
Natrium	0,1091	20,20
Phosphorsäure	0,2446	45,29
Mangan	0,0136	2,52
Calcium	0,0915	16,94
Magnesium	0,0020	0,37

Zum Schlusse ist es mir eine angenehme Pflicht, Herrn Professor Dr. Kunkel für die gütige Ueberweisung der Arbeit und Anleitung bei derselben meinen verbindlichsten Dank auszusprechen. Desgleichen sage ich Herrn Apotheker Anselm für seine liebenswürdige und bereitwilligst gewährte Unterstützung bei der Ausführung der Untersuchungen meinen herzlichsten Dank.